

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND KL 1c 10/10

DEUTSCHES PATENTAMT



INTERNAT. KL. B 03 d

AUSLEGESCHRIFT 1 144 213

W 30121 VIa/1c

ANMELDETAG: 6. JUNI 1961

BEKANNTMACHUNG

DER ANMELDUNG

UND AUSGABE DER

AUSLEGESCHRIFT: 28. FEBRUAR 1963

1

Kieserit wird in der Praxis als Löserückstand von sogenanntem Hartsalz der Kalirohsalze durch Verwaschen mit Wasser gewonnen, wobei das Steinsalz in Lösung geht und ein Rohkieserit resultiert. Dieser Kieserit ist hinsichtlich seiner Hydratation nicht einheitlich, die zunächst nur an der Oberfläche stattfindet, aber bei längerer Lagerung im feuchten Zustand weiter fortschreitet.

Nach dem bekannten Stand der Technik kann Kieserit mit Ölsäure in Wasser flотиert werden, um ein chlorfreies und anhydritarmes Produkt zu gewinnen.

Zum internen Stand der Technik gehört ein Verfahren zur Flotation von Kieserit in Wasser oder elektrolytarmen Laugen mit für die Chlorkaliumflotation bekannten aliphatischen primären Aminen oder deren Salzen.

Verfahren zur Verbesserung der Ausbeute der Kieseritflotation

Anmelder:

Wintershall Aktiengesellschaft Celle,
Kassel, August-Rosterg-Haus

Dipl.-Chem. Gerhard Budan, Kassel,
und Dipl.-Chem. Dr. Otto Braun, Heringen/Werra,
sind als Erfinder genannt worden

2

Nicht bekannt ist bisher, daß der Hydrationszustand eines Produktes im erheblichen Maße die Ausbeute beeinflussen kann und eine Flotation, die kurz nach der Erzeugung eines solchen Produktes möglich ist, bei dessen Lagerung und Hydratation unwirtschaftlich wird.

Es wurde gefunden, daß Kieserit nur dann gut mit Ölsäure flотиert, wenn dieser durch Lagerung an seiner Oberfläche bereits weitgehend hydratisiert ist, während frisch ausgewaschener Kieserit nur eine geringe Ausbeute ergibt. Es wurde z. B. festgestellt, daß Kieserit mit 80 g Ölsäure pro Tonne Aufgabegut nach 2stündiger Lagerung etwa eine Ausbeute von 50% ergibt, die mit frisch ausgewaschenem Kieserit, wenn dieser gleich flотиert wird, nur etwa 33% bei gleicher Menge Flotationsmittel beträgt.

Umgekehrt wurde festgestellt, daß frisch ausgewaschener Kieserit mit z. B. 80 g Fettsäureamin pro Tonne Aufgabegut eine Ausbeute von etwa 78% ergibt, die nach 2stündiger Lagerung des Feuchtgutes nur noch 73% und nach 4stündiger Lagerung sogar nur noch 64% beträgt.

Die erwähnten Flotationsmittel können der Flotationslösung oder dem feuchten Kieserit-Anhydrit-Gemisch oder der Flotationstrübe hinzugefügt werden, wobei als Traglauge reines oder elektrolytarmes Wasser dient.

Solange diese überraschenden Erkenntnisse nicht vorlagen, war es also vom Zufall abhängig, ob bei der Kieseritflotation mit Ölsäure oder Amin in Wasser oder elektrolytarmen Laugen eine wirtschaftliche Ausbeute bei sonst gleichen Bedingungen erreicht wurde oder nicht.

Frisch ausgewaschener Kieserit ergibt bei Verwendung von 80 g/Tonne Ölsäure 33,8% Ausbeute.

Nach einer Stunde feuchter Lagerung beträgt diese bereits 44% und nach 2 Stunden 49,8% bei 80 g Ölsäure pro Tonne Aufgabegut und sonst gleichen Bedingungen.

Frisch ausgewaschener Kieserit ergibt bei Einsatz von 80 g Fettsäureamin pro Tonne Aufgabegut eine Ausbeute von 78,3%, nach einer Stunde feuchter Lagerung 76,9% und nach 2 Stunden nur noch 73%, nach 4 Stunden 64,2%.

Diese Zufälligkeiten können dadurch ausgeschaltet und es kann ein Maximum der Ausbeute dadurch erreicht werden, daß Amin und Ölsäure gleichzeitig oder nacheinander zur Kieseritflotation verwendet werden. Bei dieser Arbeitsweise flотieren die noch nicht oder kaum hydratisierten Kieseritteilchen mit Fettsäureamin bei guter Ausbeute und die bereits weitergehend hydratisierten Kieseritkörner mit Ölsäure bei guter Ausbeute.

Wenn beispielsweise 200 g/Tonne Fettsäureamin zusammen mit 30 g/Tonne Ölsäure zur Flotation von gewaschenem Kieserit eingesetzt werden, so wird eine Kieseritausbeute von etwa 82% erreicht, unabhängig von dem vorliegenden Hydrationszustand des feuchten Flotationsgutes.

Es kann beispielsweise auch der feuchte Kieserit zunächst nur mit 200 g/Tonne Fettsäureamin konditioniert und in zwei Zellen flотиert werden und dann erst vor Eintritt in die dritte Flotationszelle nach z. B. 6 Minuten Flotationszeit 30 g/Tonne Ölsäure zugesetzt werden, wobei ebenfalls eine Ausbeute von 82% erzielt wird.

Durch die kombinierte Anwendung von Ölsäure und Fettsäureamin bzw. deren Salzen, und zwar gleichzeitig oder nacheinander, kann also bei der

1 144 213

3

Flotation in Wasser bzw. elektrolytarmen Laugen, wie diese an sich bekannt sind, Kieserit mit gleichbleibend hoher Ausbeute erzeugt werden, während ohne Kenntnis dieser neuen Lehre die Ausbeute eine zufällige war.

PATENTANSPRÜCHE:

1. Verfahren zur Verbesserung der Ausbeute der Kieseritflotation, dadurch gekennzeichnet, daß an sich bekannte Ölsäure und primäre Fettsäureamine oder deren Salze gleichzeitig oder nacheinander in an sich als Traglauge bekanntem

4

Wasser oder in salzarmen Laugen verwendet werden.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß feuchter Kieserit mit Fettsäureaminen oder deren Salzen in mehreren, vorzugsweise in zwei Flotationszellen und danach mit Ölsäure in mehreren, vorzugsweise in weiteren zwei Flotationszellen weiterflotiert wird.

3. Verfahren nach den Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Flotationsmittel der Traglauge oder dem Salzbrei oder der Flotationstrübe hinzugefügt werden.

German Patent No. 1,144,213 (Auslegeschrift)

Job No.: 2360-101643

Ref.: DE 1144213

Translated from German by the Ralph McElroy Translation Company
910 West Avenue, Austin, Texas 78701 USA

FEDERAL REPUBLIC OF GERMANY
GERMAN PATENT OFFICE
PATENT NO. 1,144,213
(Auslegeschrift)

Int. Cl. ² :	B 03 d
German Cl.:	1 c 10/10
Filing No:	W 30121 VIa/1c
Filing Date:	June 6, 1961
Publication Date:	February 28, 1963

METHOD FOR THE IMPROVEMENT OF THE YIELD OF
THE KIESERITE FLOTATION

Inventors:	Gerhard Budan, Kassel; Otto Braun, Heringen/Werra.
Applicant:	Wintershall Aktiengesellschaft Celle, Kassel, August-Rosterg-Haus

Kieserite is obtained, in actual practice, as a dissolution residue of the so-called hard salt of potash ores by washing out with water, wherein the rock salt goes into solution and a raw kieserite results. This kieserite is not uniform with respect to its hydration, which initially takes place only on the surface, but with a longer period of wet storage, progresses further.

According to the known state of the art, kieserite can be floated in water with oleic acid, in order to obtain a chlorine-free and low-anhydrite product.

A method for the flotation of kieserite in water or low-electrolyte liquors with aliphatic primary amines, known for the potassium chloride, or their salts belongs to the internal state of the art.

It has not been known, up to now, that the hydration state of a product can influence the yield to a considerable extent and a flotation, which is possible shortly after the production of such a product, is noneconomical in its storage and hydration.

It was discovered that kieserite floats well with oleic acid only if it is already extensively hydrated on its surface by storage, whereas freshly washed-out kieserite produces only a small yield. It was determined, for example, that with 80 g oleic acid per ton feedstock after 2 h of storage, kieserite produces approximately a yield of 50%, which with freshly washed-out kieserite, if this is also floated, is only approximately 33% with the same quantity of flotation agent.

Conversely, it was determined that with, for example, 80 g fatty acid amine per ton feedstock, freshly washed-out kieserite produces a yield of approximately 78%, which is still only 73% after the moist product has been in storage for 2 h, and even only 64% still after 4 h in storage.

The aforementioned flotation agents can be added to the flotation solution or to the moist kieserite-anhydrite mixture or to the murky flotation mixture, wherein pure or low-electrolyte water is used as the carrier liquor.

As long as these surprising findings were not available, it was therefore dependent on chance whether with the kieserite flotation with oleic acid or amine in water or low-electrolyte liquors, an economic yield was attained or not, under conditions which were otherwise the same.

Freshly washed-out kieserite produces a 33.8% yield, when using 80 g/ton oleic acid. After an hour of moist storage, this is already 44% and after 2 h, 49.8%, with 80 g oleic acid per ton feedstock and under conditions which are otherwise the same.

Freshly washed-out kieserite produces a yield of 78.3% when using 80 g fatty acid amine per ton feedstock; after one hour of moist storage, 76.9%; and after 2 h, there is only 73% remaining; after 4 h, 64.2%.

These chance occurrences can thus be eliminated and a maximum yield can be attained in that amine and oleic acid are simultaneously or successively used for the kieserite flotation. In this mode of operation, the kieserite particles which are not yet or barely hydrated float with the fatty acid amine, with good yield, and the already extensively hydrated kieserite grains float with the oleic acid, with good yield.

If, for example, 200 g/ton fatty acid amine together with 30 g/ton oleic acid are used for the flotation of washed kieserite, then a kieserite yield of approximately 82% is attained, independent of the hydration state of the moist flotation product under consideration.

The moist kieserite can also, for example, first be conditioned with only 200 g/ton fatty acid amine and can be floated into two cells and then 30 g/ton oleic acid can be added just before entry into the third flotation cell after, for example, 6 min, wherein a yield of 82% is likewise attained.

By the combined use of oleic acid and fatty acid amine or its salts--simultaneously or successively--kieserite with a consistently high yield can be produced; therefore, with flotation in water or low-electrolyte liquors, as they are in fact known, whereas without knowledge of this new teaching, the yield was an accidental one.

Claims

1. Method for the improvement of the yield of the kieserite flotation, characterized in that oleic acid and primary fatty acid amines, which are in fact known, or their salts are used simultaneously or successively in water or in low-salt liquors, known in fact as the carrier liquor.

2. Method according to Claim 1, characterized in that moist kieserite is further floated with fatty acid amines or their salts in several, preferably in two flotation cells and subsequently with oleic acid, in several, preferably in another two flotation cells.

3. Method according to Claims 1 and 2, characterized in that the flotation agents are added to the carrier liquor or the salt grain or the flotation slurry.